

农 药 規 格

华 北 农 业 科 学 研 究 所
中 华 全 国 供 銷 合 作 总 社 生 产 資 料 供 应 管 理 局

編

財 政 經 济 出 版 社

农 藥 規 格

华 北 农 業 科 学 研 究 所 編
中华全国供銷合作总社生产資料供应管理局

*

財政經濟出版社出版

(北京西总布胡同7号)

北京市書刊出版業營業許可証出字第60号

中华書局上海印刷厂印刷 新华書店总經

*

787×1092 $\frac{1}{32}$ ·2 $\frac{5}{8}$ 印張·53,000字

1957年6月第1版

1957年6月上海第1次印刷

印数：1—8,000 定价：(9)0.30元

統一書号：16005·238 57.5.京型

632
H55

前 言

农藥为新中国化学工業的一项新兴事業。目前全国新建和扩建的农藥工厂,已有二十余处,分佈于 13 省 3 市,加工生产的主要产品,計有 8 类 22 个品种,全年生产量达 30 万吨,产品的使用范围,已普及到全国各地,防治对象,由农業病虫害而扩大至倉庫、森林、衛生的病虫害。在这种大量生产分散制造情况下,为了保証和提高农藥的規格質量,亟須制訂“农藥規格”作为生产制造、加工訂貨、供应使用的参考标准。

过去农藥規格尚缺乏統一标准,自 1954 年創訂六六六类农藥規格后,对保証和提高产品质量,已起了促进作用。其后,在 1955 年續訂滴滴涕类农藥規格,至 1956 年进一步將大量生产的各种农藥,分別訂出了規格,因而为农藥制造工業初步奠定了檢驗的技术基础。

本冊內的农藥規格,由华北农業科学研究所起草,提交农業部植物保护局、中华全国供銷合作总社生产資料第二总管理局于 1956 年 11 月召开的全国农藥加工會議,經過参加会议的工厂代表,供銷社批發站代表及有关單位共同討論,加以补充修正而制定的,作为今后全国农藥規格的統一标准。

各种农藥規格因系初次制訂,因而存在的缺点和遺漏是难免的,尚希讀者不吝指教,多多提供意見,以便在具体工作中加以实验,进一步修补。

本規格在討論过程中,承北京农業大学黃瑞綸教授、韓熹萊先生、华东农業科学研究所农業化学系程暄生主任等蒞会指导,特此致謝。

編 者 1957 年 1 月 8 日

目 录

前言	1
----	---

第一章

一、工業六六六（六六六原粉）	3
二、六六六粉剂	13
三、6%可湿性六六六	21

第二章

一、工業滴滴涕（滴滴涕原粉）	28
二、滴滴涕粉剂	32
三、可湿性滴滴涕	36
四、25%滴滴涕乳剂	42

第三章

一、20%六六六粉剂	48
二、20%可湿性六六六	54
三、10%六六六乳剂	59

第四章

一、賽力散	65
二、西力生	68
三、水銀制剂一号	71

第五章

魚藤精	74
-----	----

第六章

一六〇五	77
------	----

第七章

溴代甲烷（甲基溴）	81
-----------	----

第 一 章

一、工業六六六（六六六原粉）

（一）定义：

1. 为主要含有六氯化苯（1,2,3,4,5,6-六氯环己烷）的物質。

（二）技术条件：

2. 外形：白色至褐色的粒狀或塊狀結晶。

3. 丙体六六六含量%：按第19条（甲）或（乙）的方法測定，不能低于12%。若兩法分析結果不一致，其絕對誤差如小于0.5%，即認為分析誤差。如大于0.5%，須經仲裁分析，仲裁分析以色层法为标准分析方法。

4. 水分及揮發物含量%：按第14条的方法測定，不大于5%。

5. 游离酸含量以HCl計%：按第15条方法測定，不大于0.05%。

（三）驗收規則：

6. 样品自10%箱中选取，但小批时亦不得少于3箱，取样时将箱盖啓开，由上、中、下三处选取。

7. 取得之样品收集一处，按四分法分取样品，选取不少于0.5公斤的平均样品，于磁乳钵内研細，磨研時間不超过5分鐘。

用等量分裝于兩個清潔干燥有磨口塞的玻璃瓶中，瓶口密封，瓶上粘貼标签，标明制造厂名、产品名称与等級、生产日期或批号。

一瓶送交工厂化驗室分析，另一瓶保存3个月，以备仲裁分析之用。供仲裁分析之化驗室由双方協議选定。

(四) 包裝与标志:

8. 包裝方式由買賣双方共同規定。

9. 在所有包裝上应耐久而清楚地标明: 制造厂名、品名、丙体含量、淨重、檢驗証明書号碼和“骷髏”圖形; 与食品分开存放。

(五) 运输、貯存、銷售規則:

10. 在貯运过程必須严防受潮、受熱、日晒、雨淋。

11. 运输时以毒品論。人工搬运，应戴口罩，并避免与皮膚接触。

12. 在貯存、运输、銷售过程，不得与食品存放在一处，以免引起中毒事故。

(六) 分析方法:

13. (甲): 丙体六六六含量的測定——極譜法。

(1) 試剂:

① 丙体六六六标准: 称取标准样品 0.200 克，放在小燒杯内加無水酒精使其溶解，倒入 100 毫升容量瓶内，以無水酒精洗滌燒杯数次，將洗滌液亦倒入容量瓶内，最后以無水酒精冲至刻度，即为标准溶液。

② 氫气: 氫气可由氫气發生器或压缩氫气筒供給，气体内的少量氧氣，可用焦性沒食子酸和氫氧化鈉的混合液除去（其混合液的比，一般为 100 毫升蒸溜水内加入 24 克 NaOH 和 10 克焦

性沒食子酸)，如果氧含量較大，可用燃燒法除去。無論用何種方法除氧，必須先在極譜儀上用靈敏度與正式試驗相同的檢流計作空白試驗，証明無氧波后，方能應用。

③ 0.05 M $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液：稱取 19.07 克化學純 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 放入燒杯內，加不含有二氧化碳的蒸餾水加熱溶解，冷至室溫后倒入 1,000 毫升容量瓶內，以蒸餾水沖至刻度。

④ 0.1N NaOH 溶液：先配制 1 : 1 NaOH 溶液，俟溶液澄清后，吸取 5.7 毫升加到 1,000 毫升容量瓶內，以不含二氧化碳的蒸餾水沖至刻度。以苯二甲酸氫鉀 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 标定其濃度(一般情況下約 0.105N)，取出一定量的溶液經計算后，稀釋至 0.100N。

⑤ 緩沖劑：將試劑 ③ 100 毫升與試劑 ④ 100 毫升混合均勻后即成(pH 相當于 11)。

⑥ 1N NaCl 溶液：稱取 11.65 克化學純 NaCl 溶于 200 毫升蒸餾水內。

⑦ 0.05% 動物膠溶液：稱取 0.1 克純動物膠，放在燒杯內加蒸餾水 200 毫升，在水浴上加熱，攪拌至完全溶解即成動物膠溶液。室溫在 25°C 以下時配制后 8 小時內可使用，在 25°C 以上時配制后 4 小時內可使用。

⑧ 無水酒精：不含乙醛，須在極譜儀上用靈敏度與正式試驗相同的檢流計作空白試驗，証明無波后方能應用。

⑨ 汞：化學純的重蒸餾汞。

(2) 儀器：

① 自動記錄式極譜儀。

②恒温水槽(温度准确到 $0 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$)。

③电解池(阳极为汞电极)。

(3)测定方法:

①标准样品波高的测定:用吸移管吸取 25 毫升标准溶液于 50 毫升容量瓶内,再以吸移管依次加入 5 毫升 1N NaCl 溶液, 5 毫升 0.05% 动物胶溶液及 10 毫升缓冲液,最后加水冲至刻度,混合均匀后,倒入电解池内,将此电解池置于 $25^{\circ} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的恒温水槽内,通氩气 15 分钟,用自动记录式极谱仪从 -0.5V 起至 -1.8V 止,求得极谱曲线。从加入缓冲液到开始通氩气的時間須控制在 5 分鐘之内。

②六六六原粉样品的波高的测定:用六六六原粉样品代替标准样品,其他操作方法与标准样品的方法完全相同。

③画图方法:將 -0.6V , -0.8V , -1.6V , -1.7V 处的平均电流用鉛笔点出,然后將 -0.6V 及 -0.8V 处平均电流的两点,引一直綫并延長至 -1.1V ,与 -1.1V 电流座标相交一点,即为 A 点;將 -1.6V 及 -1.7V 处平均电流的两点,也引一直綫并延長至 -1.5V ,与 -1.5V 电流座标相交一点,即为 B 点。从 A、B 两点引二平行綫垂直于电流座标,此二平行綫間的距离即为波高。样品中丙体六六六含量(X)可依下式計算:

$$X = \frac{a \times H_1 \times 100}{50 \times H_2}$$

式中:

a = 25 毫升标准溶液中所含丙体六六六的毫克数。

H_1 = 样品的波高。

H_2 = 标准样品的波高。

13.(乙):丙体六六六含量的测定——分配色层分离法。

(1)仪器:

①色层管:内径为 16—18 毫米、长为 300 毫米的玻璃管,一端抽成内径为 5 毫米的细管。

②显微镜:80 倍。

③吸移管:10 毫升及 5 毫升,带刻度的。

④压气桶:容量为 10 公升。

⑤ 125 毫升锥形瓶, 50 毫升烧杯, 400 毫升烧杯, 100 毫升、50 毫升及 10 毫升的量筒。

⑥水银压力计。

⑦真空泵。

⑧恒温水槽。

(2)试剂:

①硝基甲烷:化学纯,沸点范围为 98° — 101°C 。

②硅胶:完全通过 80 号筛,不含有氯离子。

③石油醚:沸点范围为 60° — 80°C ,不含有不饱和的烃类及芳香族化合物。

④淋洗剂:石油醚中加入过量的硝基甲烷(1 公升加 40 毫升硝基甲烷),猛烈振荡后从硝基甲烷上倾出所用的淋洗剂。

(3)测定方法:

①丙体六六六的抽取:

称取样品 1,000 克,放在 50 毫升锥形瓶中,加 7 毫升淋洗剂,瓶上接一小冷凝器,于小火上微微加热,使沸腾 20 分钟,并不

断地搖动。溶液冷至室温时将上部澄清液傾于另一 50 毫升小燒杯中。殘渣再加 3 毫升淋洗剂,重新微微加热使沸騰 3 分鐘,溶液冷至室温后,上部澄清液亦傾至小燒杯中。殘渣再相繼以 2 毫升、1 毫升淋洗剂冲洗,冲洗液一併倒入小燒杯中。如果抽取溶液在靜置时有結晶生成,在加入硅膠柱前再加入 2 毫升淋洗剂,微微温热后結晶就全部溶解。

② 硅膠柱的制备:

称取 22—25 克硅膠于 400 毫升燒杯中,緩緩加入 13.2 毫升 (15 克) 硝基甲烷,并用玻璃棒攪拌,研勻。繼之,加入 80—90 毫升淋洗剂,用玻璃棒攪和使其成为一很均匀的半流体狀,随即通过漏斗倒入色層管内,并用一長玻璃棒攪拌管内的硅膠半流体,使硅膠顆粒分布均匀,沒有气泡。加完以后,用数毫升淋洗剂冲洗色層管壁,硅膠表面要平,然后施以每分鐘流速为 1 毫升的恒压,至淋洗剂剛好被压入硅膠柱内时去掉压力,并注意不要攪动硅膠。

③ 丙体六六六的分离:

將按①抽取的溶液沿色層管壁慢慢加入管内,不要攪动硅膠的表面,并以 0.5 毫升淋洗剂冲洗管壁,施以每分鐘流速为 1 毫升的恒压至溶液剛剛压入硅膠柱内为止。去掉压力,再用少許淋洗剂冲洗管壁,施以恒压,压入硅膠柱内。去掉压力,再沿管壁小心地加入淋洗剂,并在管上安裝盛着淋洗剂的分液漏斗,再施以恒压,用淋洗剂不断淋洗。色層管下口接一 50 毫升量筒,最初流出的 60—70 毫升淋洗剂沒有任何六六六的結晶,可以收回再用。应该不时用載玻璃接取 1—2 滴淋洗液陰干后,在显微鏡下

觀察結晶形狀。開頭出來的六六六是斜方形的甲體六六六及其他異構體，約 20—25 毫升即完畢，此後有 2 毫升的間隔，沒有任何六六六結晶，以後即有長針狀結晶的丙種異構體出現，約 25 毫升即完畢。

④丙體六六六溶液的減壓蒸發及丙體六六六含量的計算：

(一)試劑：

I. 0.1N AgNO_3 溶液：用化學純 AgNO_3 配制。

II. 0.1N NH_4CNS (或 KCNS) 溶液：用化學純 NH_4CNS (或 KCNS) 配制。

III. 1:3 硝酸：將 3 份蒸餾水加入到 1 份化學純比重為 1.42 的硝酸內。

IV. 10% 鉄明礬溶液：用化學純鉄明礬配制。

V. 硝基苯：用化學純的。

VI. 1.0N NaOH (或 KOH) 酒精溶液：稱取 40.0 克化學純 NaOH (或 56.10 克化學純 KOH) 溶于 95% 酒精中，再用 95% 酒精稀釋至 1,000 毫升。

(二)步驟：

將只含有丙體六六六的淋洗液收集在 125 毫升錐形瓶中，放在 60°C 以下的水浴中，進行減壓蒸餾。至蒸干後，再繼續蒸餾 4—5 分鐘，蒸餾出來的蒸汽可以從浸入于鹽水混合物內的長頸燒瓶 (Kjeldahl flask) 中收回。將錐形瓶自水浴中取出，加入 15 毫升 1.0N NaOH 酒精溶液，加熱迴溜，至少沸騰 15 分鐘，其後，放冷，加入 1—2 滴酚酞指示劑，加 10 毫升 1:3 硝酸 (使呈酸性)，加入過量的 0.1N AgNO_3 溶液 (A)，再加

2毫升10%鉄明礬溶液及5毫升硝基苯。用力搖動后，以0.1N NH_4CNS (或 KCNS)溶液回滴定(C)，至呈較穩定的(約10秒鐘)淡紅棕色時即為終點。同時用以上同樣試劑不加樣品作空白測定，並計算空白試驗所消耗 AgNO_3 的毫克當量數(B)。樣品中丙体六六六含量(X_1)可依下式計算：

$$X_1 = \frac{(A - B - C) \times 0.097}{W} \times 100$$

式中：

A = 加入 AgNO_3 的毫克當量數。

B = 空白試驗所消耗 AgNO_3 的毫克當量數。

C = 回滴定时所用 NH_4CNS (或 KCNS)的毫克當量數。

W = 原粉樣品重量(克)。

14. 水分及揮發物的測定：

用工業天平稱取樣品25克，誤差不得大於0.2克，平鋪在干燥并已稱過重量的玻璃皿上，其厚度不超過3毫米，然後放在恒溫箱內，在70°C下烘2小時後再稱重量。水分及揮發物含量百分數(X_2)可依下式計算：

$$X_2 = \frac{(a - b) \times 100}{25}$$

式中：

a = 玻璃皿與試樣的重量的克數。

b = 在70°C下烘2小時後玻璃皿與試樣的重量的克數。

15. 游离酸含量的測定：

(1)試劑：

① 0.05N NaOH 溶液。

② 0.1% 甲基橙溶液。

(2) 測定方法：

用工業天平稱取試樣 10 克，誤差不得大於 0.2 克，置於磁乳鉢內（不可用玻璃乳鉢）。加 30 毫升蒸餾水研磨 10 分鐘，過濾，並用蒸餾水洗滌濾紙上固體物兩次。用於研磨及洗滌的水的總量應為 100 毫升。將濾液及洗滌液一併倒入 250 毫升錐形瓶中，加入 3 滴甲基橙指示劑，用 0.05N NaOH 溶液滴定，終點以 pH4 緩沖液加甲基橙的溶液對比。游离酸含量百分數（以 HCl 計）（ X_3 ）可依下式計算：

$$X_3 = \frac{a \times K \times 0.00182}{10} \times 100 = a \times K \times 0.0182$$

式中：

a = 滴定抽出液所用 0.05N NaOH 溶液的毫升數。

K = 換算為恰好 0.05N NaOH 溶液的係數。

附 16. 總六六六含量的測定：

(1) 試劑：

① 1N 酒精 KOH 溶液：取化學純 KOH 56.1 克，加最少量的（約 40 毫升）蒸餾水，使 KOH 溶解後加 95% 酒精至 1,000 毫升。

② 0.1N AgNO_3 溶液：用化學純藥品配制。

③ 0.1N NH_4CNS 溶液：用化學純藥品配制。

④ 1:3 硝酸：將 3 份蒸餾水加入到 1 份化學純比重為 1.42 的硝酸內。

⑤ 10% 鐵明礬溶液：用化學純藥品配制。

⑥ 硝基苯：用化学純的。

(2) 分析步驟：

称取干燥后(已測定水分及揮发物)的原粉样品0.2克，准确到0.001克，放入250毫升錐形瓶中，加入15毫升1N酒精KOH溶液，瓶上接以迴溜冷凝器，加热，至少沸騰15分鐘。用蒸溜水冲洗冷凝器及錐形瓶内壁，冷却后，加入2—3滴酚酞指示剂，加10毫升1:3硝酸(使呈酸性)，加过量的0.1N AgNO_3 溶液(A)，再加2毫升鉄明礬溶液及5毫升硝基苯；用力搖动后，用0.1N NH_4CNS 溶液回滴定(C)，至呈較稳定的(約10秒鐘)淡紅棕色时，即为終点。同时用以上同样方法作空白測定，仅以15毫升95%酒精代替1N酒精KOH溶液，并在迴溜前預先加入10毫升1:3硝酸。計算空白測定所消耗硝酸銀的毫克当量数(B)。样品中干基总六六六含量百分数(X_3)可依下式計算：

$$X_3 = \frac{(A - B - C) \times 0.097}{W} \times 100$$

式中：

A = 加入 AgNO_3 的毫克当量数。

B = 空白測定时消耗 AgNO_3 的毫克当量数。

C = 回滴定时所用 NH_4CNS 的毫克当量数。

W = 样品重量(克)。

二、六六六粉剂

(一)定义：

1. 六六六粉剂，是工業六六六原粉和填充料(如滑石粉、陶

土或其他鹽性粉类)的机械混合物。

(二)技术条件:

2.外形:为白色、黄色、灰色或着有其他顏色的細粉狀产品。

3.丙体六六六含量:粉剂分为0.5%、1.0%、1.5%及6.0%四种,其总六六六含量和一吨原粉配成成品的吨数,按所用原粉的不同丙体六六六含量,应分別符合下表的要求:

粉 剂 种 类	丙体六六六 含 量 %	原 粉 丙 体 六六六含量%	总六六六含量%	一吨原粉配成的 成 品 吨 数
0.5%	0.52±0.02	12	4.12±0.2	23.058
		13	3.80±0.2	25.000
		14	3.53±0.2	26.912
		15	3.29±0.2	28.875
1.0%	1.04±0.04	12	8.24±0.4	11.529
		13	7.60±0.4	12.500
		14	7.06±0.4	13.456
		15	6.58±0.4	14.438
1.5%	1.56±0.06	12	12.35±0.6	7.692
		13	11.40±0.6	8.333
		14	10.59±0.6	8.971
		15	9.88±0.6	9.615
6.0%	6.00±0.20	12	47.50±2.0	2.000
		13	43.85±2.0	2.166
		14	40.71±2.0	2.334
		15	38.00±2.0	2.500

註: 原粉以含总六六六 95 % 为标准。

4. 細度:

(1)按第 19 条(甲)的方法測定,样品应不少于 95% 通过 200 号篩。

打母粉时,母粉的細度也应与成品細度相同。

(2)在篩子沒有統一之前仍采用悬浮法,按第19条(乙)的方法測定,懸浮液的溫度在 20°C 时,其 9 分鐘的懸浮率应不低于 38%。在其他不同溫度下測定的懸浮率折算至 20°C 懸浮率的方法,由各厂自行規定。

5. 水分含量:不超过 1.5 %。

6. 酸鹼度(pH值):在 6—8 之間。

(三) 驗收規則:

7. 制造工厂(加工厂)負責保證出厂产品全部合格,并在每件或每批产品上标示“合格”标记。产品的成分及細度,每天每班最少化驗一次,水分及酸鹼度分析可酌情适当減少。將日常化驗記錄逐旬抄写一份送交收貨一方,但收貨一方仍得会同制造工厂随时在合格产品中,任意抽取貨样进行化驗。同时將所取样品(約1/4市斤)裝入潔淨、干燥的玻璃瓶內,用蜡密封瓶口,貼上标签,注明生产工厂名称、产品名称、取样日期、地点及貨物的生产批号,以备有爭执时送交双方同意的仲裁化驗室按同一化驗方法进行化驗,仲裁化驗結果作为最后結論。驗收办法由买卖双方共同規定。

(四) 包裝与标志:

8. 包裝方式由买卖双方共同規定。

9. 包裝应严密,不漏粉,并須包扎坚固。

10. 包裝單位內應附有使用說明和寫有生產日期、班次及組長姓名的備查單。

11. 包裝上應清楚地標明製造工廠名稱、產品名稱、生產年月、淨重及毒藥等字樣。

12. 裝過六六六藥粉的紙袋，不得用以裝盛食物。

(五) 貯藏及運輸：

13. 在運輸和貯藏過程中，必須嚴防受潮、受熱、雨淋、日晒。

14. 貯藏藥粉的倉庫，不得住人或同時兼作生產廠房，並須通風良好。

15. 運輸時以毒品論，不可與食品在同一運輸工具內運輸。

16. 人工搬運時應避免與皮膚直接接觸或由口鼻吸進藥粉。

(六) 經營銷售規則：

17. 本粉劑不得與食品存放在一起或在同一門櫃內銷售，以免與食品混雜而引起中毒事故。

(七) 分析方法：

18. 總六六六含量的測定。

(1) 試劑：

① 0.5N 50% 酒精KOH 溶液：取化學純 KOH 28.05克，加蒸餾水溶解後稀釋至500毫升，然後再加95%酒精至1,000毫升。

② 0.1N AgNO_3 溶液：用化學純藥品配制。

③ 0.1N NH_4CNS (或 KCNS) 溶液：用化學純藥品配制。

④ 1:3 硝酸：將3份蒸餾水加入到1份化學純比重為1.42的硝酸內。

⑤ 10% 鐵明礬溶液：用化學純藥品配制。